

#3
21 Feb 02
R. Talbot

EP 00/223^A

Bescheinigung

4

Die Bayer Aktiengesellschaft in Leverkusen/Deutschland hat eine Patentanmeldung unter der Bezeichnung

"Druckfestes Prozessfenster"

am 26. März 1999 beim Deutschen Patent- und Markenamt eingereicht.

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

Die Anmeldung hat im Deutschen Patent- und Markenamt vorläufig das Symbol G 01 N 21/05 der Internationalen Patentklassifikation erhalten.

München, den 10. Dezember 1999

Deutsches Patent- und Markenamt

Der Präsident

Im Auftrag

Aktenzeichen: 199 13 730.7

Agurks

PRIORITY DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH
RULE 17.1(a) OR (b)

Druckfestes Prozeßfenster

Die Erfindung betrifft ein druckfestes Prozeßfenster zur In-Prozeß-Kontrolle für die
5 visuelle oder spektroskopische Untersuchung von unter Druck stehenden Produkten
in Rohrleitungen und Reaktoren. Das Prozeßfenster besteht wenigstens aus einem
mit der Rohrleitung oder dem Reaktor verbundenen Meßzellenkörper und einer
transparenten Fensterscheibe, einer Dichtung zwischen Meßzellenkörper und einer
Fensterscheibe zur Abdichtung des Reaktor- oder Rohrleitungsinnenraumes gegen
10 die Umgebung, wobei die Fensterscheibe mittels eines Schraubzylinders mit einem
Außengewinde, der in einen mit dem Meßzellenkörper verbundenen Hohlzylinder
mit Innengewinde verschraubbar ist, dichtend gegen den Meßzellenkörper gehalten
ist.

15 Chemische Produktionsprozesse können effizient gesteuert werden, wenn die aktu-
elle Zusammensetzung bzw. Qualität des Produktes oder eines Reaktionsgemisches
in verschiedenen Stufen des Produktionsprozesses bekannt ist. Mit Hilfe kontinuier-
lich arbeitender On-Line Methoden können die benötigten, qualitätsrelevanten
Größen ermittelt werden.

20 Eine besondere Schlüsselstellung bei der Ermittlung dieser Größen besitzen spektro-
skopische Methoden, da diese aktuelle Produkteigenschaften ermitteln können, ohne
daß eine aufwendige Modifikation bzw. Bearbeitung des Produktes notwendig wäre.

25 In diesem Zusammenhang übliche spektroskopische Methoden sind die UV/VIS-
Spektroskopie (Messung der Absorption des Produktes im Wellenlängenbereich
 $\lambda = 200 - 800 \text{ nm}$), die NIR-Spektroskopie (Messung der Absorption des Produktes
im Wellenlängenbereich $\nu = 800 - 2500 \text{ nm}$), die IR-Spektroskopie (Messung der
Absorption des Produktes im Wellenzahlbereich $\nu = 4000 - 400 \text{ cm}^{-1}$) sowie die
30 Fluoreszenz- und Ramanspektroskopie (Anregung der Fluoreszenz- bzw. Raman-
strahlung mittels intensiver Lichtquellen).

Wesentlich für die Anwendbarkeit dieser Methoden ist die Zugänglichkeit zu dem zu untersuchenden Prozeß bzw. Produkt. Chemische Prozesse werden in der Regel in Reaktorbehältern bzw. Rohrleitungen durchgeführt, die erst nach Einbau von Fenstern, die für die spektroskopische Analysenstrahlung transparent sind, eine direkte spektroskopische Messung des darin befindlichen Produktes erlauben.

Wegen möglicher toxischer Eigenschaften der im Prozeß zu analysierenden Produkte müssen an die Zuverlässigkeit von Prozeßfenstern gegenüber Leckagen hohe Anforderungen gestellt werden. Dies gilt vor allem auch dann, wenn Prozesse unter hohem Druck bzw. hoher Temperatur ausgeführt werden.

Derartige Prozeßfenster sind z.B. als Schaugläser verfügbar. Schaugläser sind hauptsächlich für die Sichtkontrolle des Reaktor- bzw. Rohrleitungsinhaltes konzipiert, weniger für spektroskopische Prozeßanwendungen, bei denen häufig eine definiert einstellbare Schichtdicke eines zu durchstrahlenden Produktes gefordert ist, damit aus dem Spektrum die gewünschte Produktinformation abgeleitet werden kann.

Prozeßfenster für spektroskopische Anwendungen als Teil einer In-Line-Meßzelle sind im Prospekt der Fa. Optec-Danulat GmbH, D-45 143 Essen, In-line-Photometrie-Systemübersicht 4.O, Seite 9 beschrieben (entsprechend dem Deutschen Gebrauchsmuster G 87 17 609.2). Es werden darin Stufenfenster aus Pyrex oder Saphir mittels eines Fensterringes gegen das produktberührende Fenster gepreßt, welches mittels eines O-Ringes gegenüber dem zu analysierenden Produkt abgedichtet ist. Der Fensterring wird mittels vier Schrauben mit der Meßzelle 1 verschraubt. Die Druckfestigkeit dieses bekannten Prozeßfensters wird wesentlich durch die Zugfestigkeit und Ausreißkraft der vier Spannschrauben bestimmt. Die Druckfestigkeit dieses Prozeßfensters ist für viele mögliche Anwendungsfälle nicht ausreichend.

Ein weiteres Prozeßfenster ist aus der Patentschrift US 4 910 403. Hier ist ein Diamantfenster mit einem einschraubbaren Träger verlötet. Dieses ist vor allem dazu

ausgelegt worden, in einen Standard-Druckaufnehmerstutzen eines Extruders eingeschraubt zu werden. Der typische Durchmesser des Diamantfensters beträgt 4,25 mm. Soll ein höherer optischer Durchsatz ermöglicht werden, so ist der Durchmesser des Diamantfensters zu vergrößern, was zu sehr hohen Materialkosten führen kann. Ein
5 weiterer Nachteil ist die höhere Zahl benötigter Dichtflächen.

Analog ist im Patent US 5,151,474 der Fa. The Dow Chemical Company ein Saphir-Fenster, das in einen Träger eingelötet worden ist, beschrieben. Auch hier ist es problematisch, zur Erzielung eines höheren optischen Durchsatzes größere Durchmesser des Saphir-Fensters zu realisieren, da der Lötprozeß mit zunehmendem
10 Durchmesser immer schwieriger durchzuführen ist. Auch kann die mangelnde Chemikalienbeständigkeit des Lotes gegenüber aggressiven Säuren oder Laugen die Anwendung dieser Technik zur Kontrolle chemischer Prozesse unmöglich machen.

15 Aufgabe der Erfindung war es, ein Prozeßfenster zu entwickeln, das die konstruktiven Nachteile der bekannten Anordnungen nicht aufweist, und insbesondere eine hohe Druckfestigkeit und Leckagefreiheit über einen längeren Betriebszeitraum zeigt.

20 Die Aufgabe wird durch ein druckfestes Prozeßfenster gelöst für visuelle oder spektroskopische Untersuchung von unter Druck stehenden Produkten in Rohrleitungen und Reaktoren, das Gegenstand der Erfindung ist, bestehend wenigstens aus einem mit der Rohrleitung oder dem Reaktor verbundenen Meßzellenkörper und einer transparenten Fensterscheibe, sowie einer Dichtung zwischen Meßzellenkörper und
25 Fensterscheibe zur Abdichtung des Reaktor- oder Rohrleitungsinnenraumes gegen die Umgebung, dadurch gekennzeichnet, daß die Fensterscheibe mittels eines Schraubzylinders mit einem Außengewinde, der in einen, mit dem Meßzellenkörper verbundenen Hohlzylinder mit Innengewinde verschraubbar ist, dichtend gegen den Meßzellenkörper gehalten ist.

Eine bevorzugte Ausführung des Prozeßfensters ist so gestaltet, daß der Hohlzylinder eine ringförmige Dichtfläche aufweist, auf der die Fensterscheibe druckfest aufliegt.

- 5 Eine besonders druckstabile Ausführung des Prozeßfensters ist so ausgeführt, daß der Hohlzylinder mit dem Meßzellenkörper einstückig ausgebildet oder verschweißt ist.

- 10 In einer bevorzugten Variante des Prozeßfensters ist der Hohlzylinder mit dem Meßzellenkörper druckfest und lösbar verbunden.

- 15 Das Prozeßfenster kann so ausgeführt sein, daß zwischen dem Schraubzylinder mit Außengewinde und der Fensterscheibe ein Ring mit geringer Reibung gegenüber dem Zylinder oder der Fensterscheibe vorhanden ist, der ein die Fensterscheibe schonendes, drucksicheres Verschrauben ermöglicht.

- 20 Vorzugsweise weist die Fensterscheibe des Prozeßfensters im mittleren Bereich eine größere Wandstärke auf. Hierdurch entsteht eine Auflagefläche für z.B. Ringdichtungen. Außerdem wird durch die Verkleinerung der produktberührten Seite der Fensterscheibe eine Verringerung des Totraums (zwischen Rohrwand und Fensterscheibe) erreicht.

- 25 Vorzugsweise besteht der Ring zwischen dem Schraubzylinder mit Außengewinde und der Fensterscheibe aus Graphit.

- In einer bevorzugten Variante des Prozeßfensters sind anstelle eines Ringes mit geringer Reibung zwischen dem Schraubzylinder mit Außengewinde und der Fensterscheibe zwei gleitend aufeinander liegende Ringe vorhanden.

- 30 Als Material für die transparente Fensterscheibe eignen sich z.B. die für die Herstellung von Schaugläsern oder spektroskopischen Fenstern grundsätzlich bekannten

Materialien, wie Borsilikatglas, Quarz oder Saphir, die im Bereich der typischen eingangs genannten relevanten Wellenlängen für die optische Spektroskopie keine oder geringe Absorption zeigen. Im Falle von Glas können sie nach den Normen DIN 7080, 7081, 8902 und 8903 hergestellt werden, so daß sie eine behördliche Zulassung für den gewählten Druckbereich nach der Druckbehälterverordnung (AD-N4) besitzen. Solche Gläser sind z. B. im Prospekt der "Technische Glaswerke Ilmenau GmbH", D 98684 Ilmenau beschrieben.

Die Anwendung des Prozeßfensters ist ohne Anspruch auf Vollständigkeit möglich zur spektroskopischen bzw. visuellen Bestimmung der chemischen Zusammensetzung, Stoffidentität, Gemischanalyse, Reinheit der die Rohrleitung oder den Reaktor durchströmenden Stoffe sowie Kennzahlen wie z.B. OH- und Säurezahlen (NIR-Spektroskopie), zur Bestimmung von Farbe (VIS-Spektroskopie), zur Bestimmung von Partikel-Verunreinigungen oder Feststoffgehalten (Streulichtmessung) oder zur visuellen Inspektion der Stoffe (mit den Auge oder mittels Kamera).

Bei einer Durchstrahlungsmessung durch eine Rohrleitung werden zwei der erfindungsgemäßen Fenster gegenüberliegend montiert. Es kann dann erforderlich sein, die Dicke der eingebauten Fensterscheiben nach innen zu vergrößern, um die Absorption der Meßstrahlung durch das Produkt zu verringern.

Grundsätzlich geeignete Materialien für die Fensterscheibe für den UV (200-400 nm)-, sichtbaren (400-800 nm), Nah-Infrarot (800-2500 nm)-, und Infrarot (4000-400 cm⁻¹)- Spektralbereich sind im Buch Bauelemente der Optik, 5. Auflage von G. Schröder, Hanser-Verlag 1987, ISBN 3-446-14960-0 beschrieben.

Hervorzuheben für die Anwendung im UV-Spektralbereich sind Materialien wie Quarz, Suprasil-Quarzglas und Saphir sowie die Spezialgläser der Fa. Schott FK 5, UBK 7, UK 50 und BaK 2 (Schott Glaswerke, Hattenbergstraße 10, Mainz: Optisches Glas, Glas-Preßlinge, Strahlenschutzgläser und Fenster).

Bevorzugte Fenstermaterialien für die Anwendung im sichtbaren Spektralbereich sind Saphir, Quarz, Pyrex-Glas und Zirkoniumdioxid.

5 Bevorzugte Fenstermaterialien für die Anwendung im Nah-Infrarot-Spektralbereich sind Saphir, Zirkoniumdioxid und Quarz.

Bevorzugte Fenstermaterialien für die Anwendung im IR-Spektralbereich sind Zinksulfid (ZnS), Zinkselenid (ZnSe) und Germanium (Ge).

10 Grundsätzlich sind alle Fenstermaterialien geeignet, die im speziellen Anwendungsfall eine ausreichend hohe Transmission, Festigkeit, Temperatur- und Chemikalienbeständigkeit aufweisen.

15 Es können als Dichtungen für das Prozeßfenster sowohl Flachdichtungen als auch O-Ring-Dichtungen angewendet werden.

20 Die O-Ring-Dichtung liegt vorzugsweise nicht in einer Ringnut (aus Fertigungsgründen), sondern in einem ausgedrehten Ansatz des Meßzellenkörpers. Die Tiefe des Ansatzes ist geringer als der Durchmesser des O-Ringes, die Breite des Ansatzes ist größer als der Durchmesser des O-Ringes. Durch Andrücken des Fensters an den O-Ring bzw. an den Meßzellenkörper mit Hilfe des Schraubzylinders wird eine für die korrekte Dichtfunktion benötigte Vorspannung des O-Ringes erzeugt.

25 Bei Verwendung von Flachdichtungen ist üblicherweise keine Nut vorgesehen. Zur Fixierung der Dichtung kann eine schmale und flache konzentrische Nut bzw. ein schmaler und flacher ausgedrehter Ansatz in den Meßzellenkörper eingearbeitet sein. Das Fenster wird mit Hilfe des Schraubzylinders fest gegen die Dichtung gedrückt.

30 Die Auswahl des Dichtungsmaterials richtet sich nach der thermischen und chemischen Beanspruchung. Man verwendet insbesondere elastische Kunststoffe, Preß-

massen aus anorganischen Fasern und Bindemitteln, Graphit sowie verformbare Metalle, z.B. Weichkupfer.

Bewährte Flachdichtungsmaterialien sind:

- 5 PTFE (gefüllt oder ungefüllt, Vollmaterial oder expandiertes Material (Gore-Tex) mit dem Vorteil der sehr guten Chemikalienbeständigkeit und Temperaturbeständigkeit bis ca. 260°C.

- 10 Graphit-Dichtungen mit Metall-Einlage oder ohne Einlage (z.B. Fa. HDF-Flexitallic GmbH) mit dem Vorteil der Temperaturbeständigkeit bis ca. 480°C.

Bewährte Dichtungsmaterialien sind Fluorelastomere wie z.B. Kalrez® (Hersteller: DuPont de Nemour) und Viton® (Hersteller: DuPont de Nemour) sowie Nitrilkautschuk oder Siliconkautschuk.

- 15 Anstelle eines Gleitringes ist es auch denkbar, zwei gleitend aufeinander liegende Ringe zu verwenden, insbesondere ein sog. Axiales Drucklager (Kugel- bzw. Walzenlager.

- 20 Weiterer Gegenstand der Erfindung ist die Verwendung des erfindungsgemäßen Prozeßfensters zur optischen bzw. spektroskopischen Prozeßkontrolle, insbesondere von chemischen Reaktionen, sowie von Misch-, Förder- und Trennprozessen.

- 25 Die Erfindung wird nachstehend anhand der Figuren beispielhaft näher erläutert, ohne daß dadurch die Erfindung im Einzelnen eingeschränkt wird.

Es zeigen:

Figur 1a die vereinfachte schematische Querschnittsdarstellung eines konventionellen Prozeßfensters.

5

Figur 1b die Aufsicht auf das bekannte Prozeßfenster gemäß Fig. 1a.

Figur 2a die vereinfachte schematische Querschnittsdarstellung eines erfindungsgemäßen Prozeßfensters.

10

Figur 2b die Aufsicht auf das erfindungsgemäße Prozeßfenster gemäß Fig. 2a.

Figur 3a eine Variante der Anordnung nach Fig. 2a mit Gleitringdichtung.

15

Figur 3b die Aufsicht auf das Prozeßfenster gemäß Fig. 3a.

Figur 4a eine Variante des Prozeßfensters nach Fig. 2a mit verlängertem Durchstrahlungsbereich des Fensters.

20

Figur 4b die Aufsicht auf das Prozeßfenster nach Fig. 4a.

Beispiele

Beispiel 1 (Vergleichsbeispiel)

5

Ein konventionelles Prozeßfenster weist folgenden Aufbau auf:

Die Aufnahmebuchse 11 mit den Gewindebohrungen 12 ist in eine Rohrleitung 13 eingeschweißt. Die Fensterscheibe 14 wird mittels einer Druckhülse 15 gegen die Ringdichtung 16 gepresst. Der Pressdruck wird mittels vier Gewindeschrauben 17a bis 17d erzeugt, die in die Gewindebohrungen 12 eingeschraubt sind.

10

15

Die Druckfestigkeit wird im Falle dieses nicht erfindungsgemäßen Beispiels (Fig. 1a und 1b) wesentlich durch die Zugfestigkeit und Ausreißkraft der vier Gewindeschrauben 17a bis 17d bestimmt. Die Druckfestigkeit der Anordnung wurde mittels des Computerprogrammes DIMY 4.00/Rev 3 Modul FESTFL 4.00 des RW TÜV Essen berechnet. Werden vier M5-Schrauben verwendet, so beträgt die Druckfestigkeit maximal ca. 15 bar, werden M6-Schrauben verwendet, entsprechend maximal 42 bar. Die Druckfestigkeit ist somit für viele mögliche Anwendungsfälle nicht ausreichend.

20

Beispiel 2

25

30

Bei einem Prozeßfenster 1 gemäß Fig. 2a und 2b ist die Aufnahmebuchse 7 mit dem Innengewinde 8 in eine Rohrleitung 13 eingeschweißt. In die Aufnahmebuchse 7 ist eine Einschraubhülse 5, die ein Außengewinde 6 aufweist, eingeschraubt. Die Einschraubhülse 5 hat am Kopfteil Bohrungen 21, in die Zapfen eines (nicht gezeichneten) Steckschlüssels zum Verschrauben eingreifen können. Die Einschraubhülse 5 weist auf ihrer Unterseite eine plane Fläche auf, die mit der Fensterscheibe 3 Kontakt hat. Die Fensterscheibe 3 wird bei der erfindungsgemäßen Bauweise (Fig. 2a und 2b) mittels der Einschraubhülse 5 über eine Ringdichtung 22 gegen eine Dichtung 4

gedrückt, die in einer Ringnut im unteren, vorspringenden Teil der Aufnahmebuchse 7 sitzt und den Innenraum 10 der Rohrleitung 20 gegenüber der Umgebung abdichtet.

Die aus der Ausreißkraft der Einschraubhülse 5 resultierende Druckfestigkeit des Prozeßfensters wurde zu 1300 bar abgeschätzt. Die Druckfestigkeit der Prozeßfensters kann selbst, sofern Saphir als Material für die Fensterscheibe verwendet wird, zu ca. 450 bar abgeschätzt werden. Die Fensterscheibe 3 hat hierbei im Querschnitt (Fig. 2a) im dünneren, äußeren Bereich eine Dicke von 11 mm und im dickeren, inneren Bereich eine Dicke von 16 mm.

Der Vorteil der erfindungsgemäßen Bauweise gegenüber dem nicht erfindungsgemäßen Beispiel liegt in der wesentlich höheren Druckfestigkeit in Kombination mit verringerten Abmessungen des Meßkanals und einem verringerten Gewicht. Hierdurch wird zum einen die Integration von Prozeßfenstern in bestehende Rohrleitungen erleichtert, und es werden verbesserte optische Eigenschaften realisiert, indem das Länge/Durchmesser-Verhältnis des Meßkanales 9 gegenüber der bekannten Anordnung (Bsp. 1) verkleinert wird.

In den Figuren 3a und 3b sind Ansichten eines Prozeßfensters wie in Fig. 2a, 2b wiedergegeben, bei dem die O-Ringdichtung 4 mit Ringnut durch eine Gleitringdichtung ersetzt ist.

Die Figuren 4a und 4b zeigen ergänzend eine weitere Variante, die in strömenden Medien mit hoher Viskosität (Polymerschmelzen) zum Einsatz kommen kann. Das Saphir-Fenster 3 ragt hierbei weit nach innen, damit die durchstrahlte Schichtdicke des Produktes reduziert wird. Eine seitliche Stahlhülse 23 sorgt dafür, daß das Saphir-Fenster nicht abbrechen kann. Die Stahlhülse 27 kann samt Fenster aus der Aufnahmebuchse 1 herausgeschraubt werden.

Patentansprüche

1. Druckfestes Prozeßfenster 1 für visuelle oder spektroskopische Untersuchung von unter Druck stehenden Produkten in Rohrleitungen und Reaktoren, bestehend wenigstens aus einem mit der Rohrleitung oder dem Reaktor verbundenen Meßzellenkörper 2, einer transparenten Fensterscheibe 3 und einer Dichtung 4 zwischen Meßzellenkörper 2 und Fensterscheibe 3 zur Abdichtung des Reaktor- oder Rohrleitungsinnenraumes gegen die Umgebung, dadurch gekennzeichnet, daß die Fensterscheibe 3 mittels eines Schraubzylinders 5 mit einem Außengewinde 6, der in einen mit dem Meßzellenkörper 2 verbundenen Hohlzylinder 7 mit Innengewinde 8 verschraubbar ist, dichtend gegen den Meßzellenkörper 2 gehalten ist.
2. Prozeßfenster nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Hohlzylinder 7 eine ringförmige Dichtfläche aufweist, auf der die Fensterscheibe 3 druckfest aufliegt.
3. Prozeßfenster nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß der Hohlzylinder 7 mit dem Meßzellenkörper 2 einstückig ausgebildet oder verschweißt ist.
4. Prozeßfenster nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß der Hohlzylinder 7 mit dem Meßzellenkörper druckfest, lösbar verbunden ist.
5. Prozeßfenster nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß zwischen dem Schraubzylinder mit Außengewinde und der Fensterscheibe ein Ring mit geringer Reibung gegenüber dem Zylinder oder der Fensterscheibe vorhanden ist.
6. Prozeßfenster nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, daß der Ring aus Graphit besteht.

7. Prozeßfenster nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, daß anstelle eines Ringes zwei gleitend aufeinander liegende Ringe vorhanden sind.
- 5 8. Verwendung des Prozeßfensters nach einem der Ansprüche 1 bis 7 zur optischen bzw. spektroskopischen Prozeßkontrolle, insbesondere von chemischen Reaktionen, sowie von Misch-, Förder- und Trennprozessen.

Druckfestes Prozeßfenster**Z u s a m m e n f a s s u n g**

Es wird ein druckfestes Prozeßfenster 1 für visuelle oder spektroskopische Untersuchung von unter Druck stehenden Produkten in Rohrleitungen und Reaktoren beschrieben. Das Prozeßfenster 1 besteht wenigstens aus einem mit der Rohrleitung oder dem Reaktor verbundenen Meßzellenkörper 2 und einer transparenten Fensterscheibe 3, einer Dichtung 4 zwischen Meßzellenkörper 2 und Fensterscheibe 3 zur Abdichtung des Reaktor- oder Rohrleitungsinnenraumes gegen die Umgebung, wobei die Fensterscheibe 3 mittels eines Schraubzylinders 5 mit einem Außengewinde 6, der in einen mit dem Meßzellenkörper 2 verbundenen Hohlzylinder 7 mit Innengewinde 8 verschraubbar ist, dichtend gegen den Meßzellenkörper 2 gehalten ist.

(Fig. 2a)

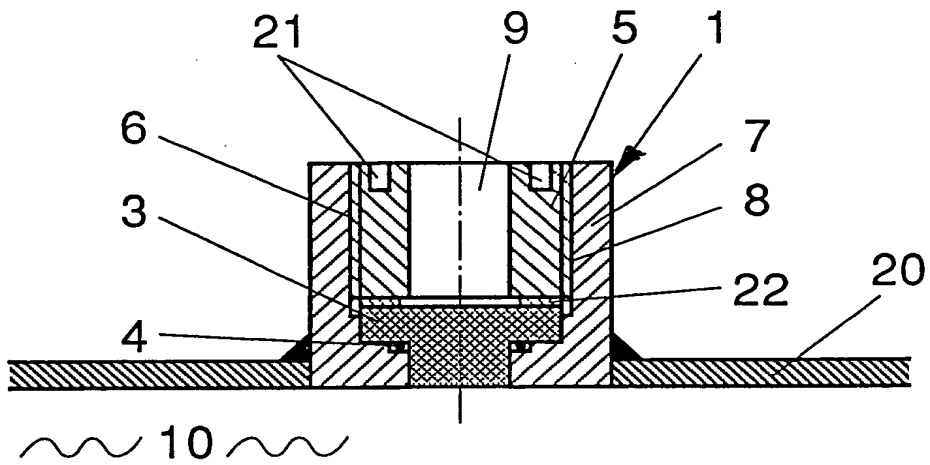
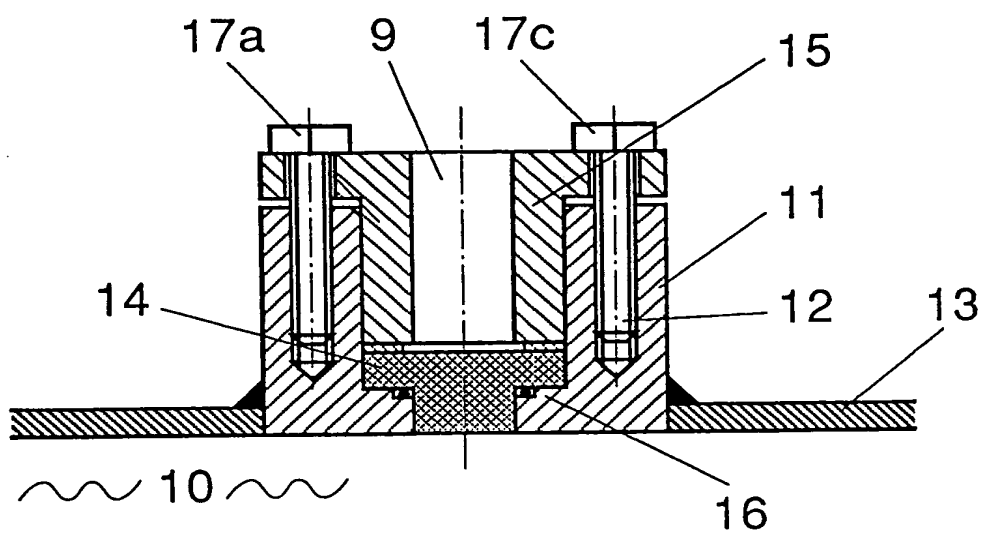
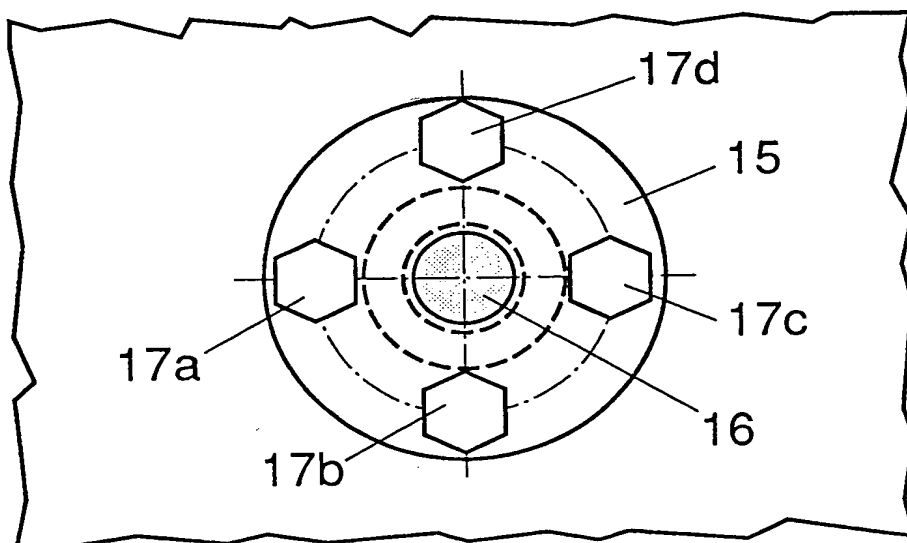
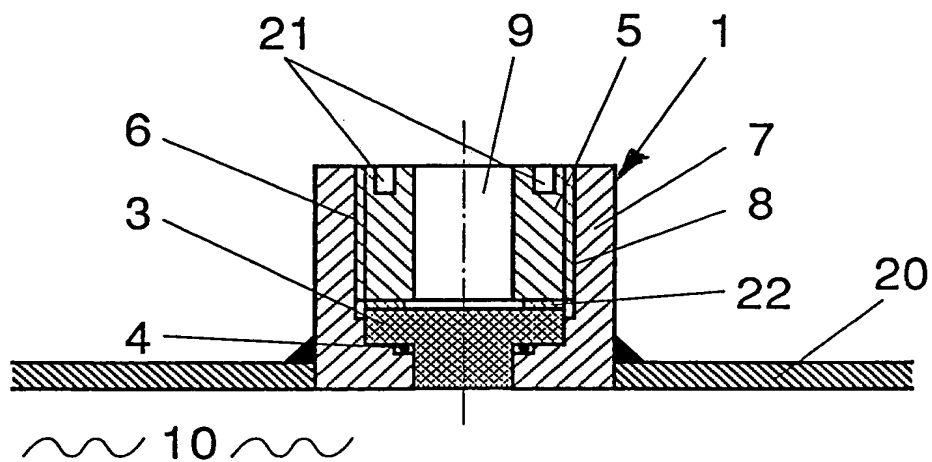
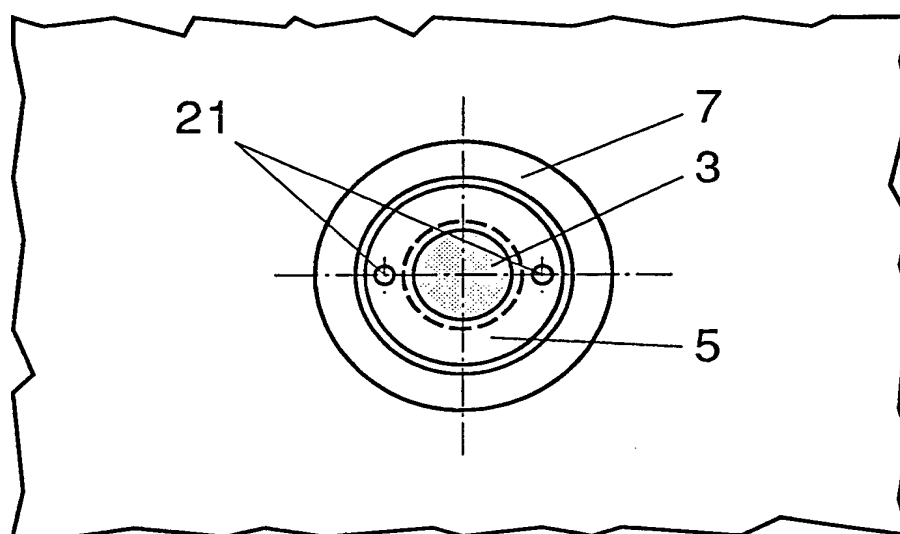


Fig. 2a

**Fig. 1a****Fig. 1b**

**Fig. 2a****Fig. 2b**

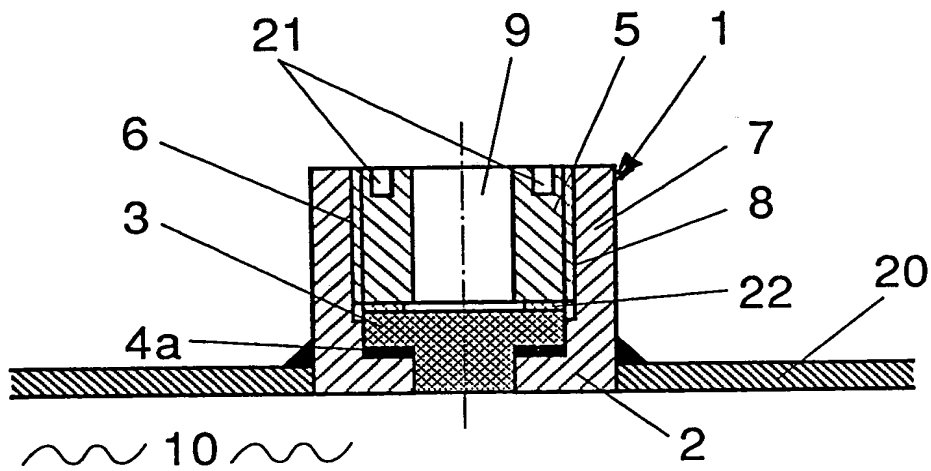


Fig. 3a

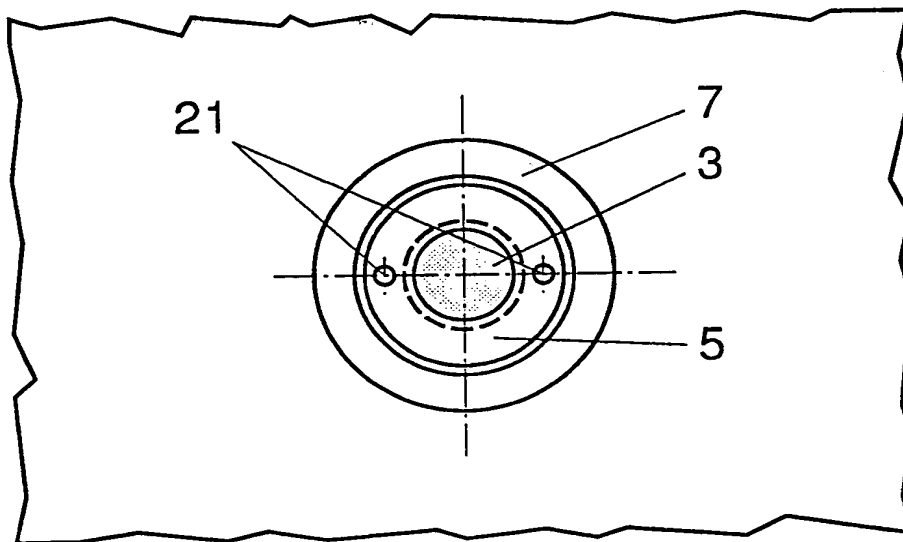
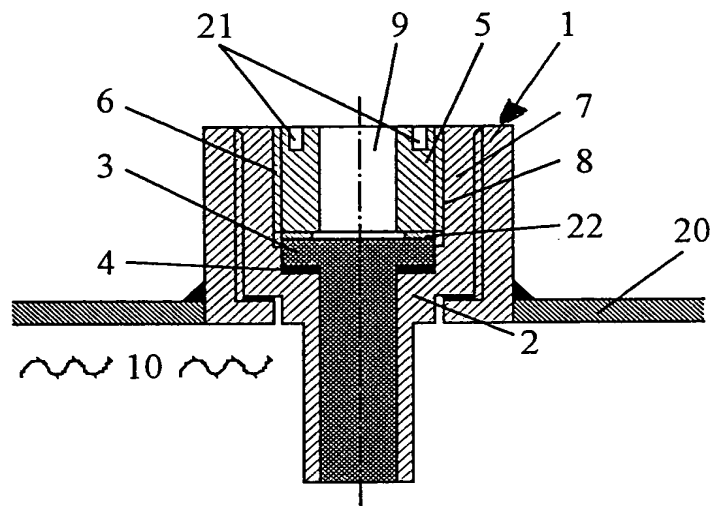
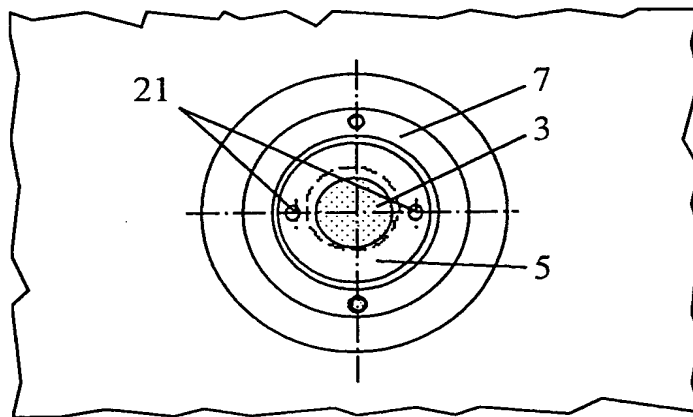


Fig. 3b

**Fig. 4a****Fig. 4b**



1 1 1 1

1